

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2001-264532  
(P2001-264532A)

(43)公開日 平成13年9月26日(2001.9.26)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード*(参考)
G 0 2 B 5/22		G 0 2 B 5/22	2 H 0 4 8
B 3 2 B 27/18		B 3 2 B 27/18	Z 4 F 1 0 0
C 0 9 K 3/00	1 0 5	C 0 9 K 3/00	1 0 5

審査請求 未請求 請求項の数14 O L (全 17 頁)

(21)出願番号 特願2000-72273(P2000-72273)

(22)出願日 平成12年3月15日(2000.3.15)

(71)出願人 000003160

東洋紡績株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

(72)発明者 尾道 晋哉

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72)発明者 下村 哲生

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72)発明者 横山 誠一郎

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

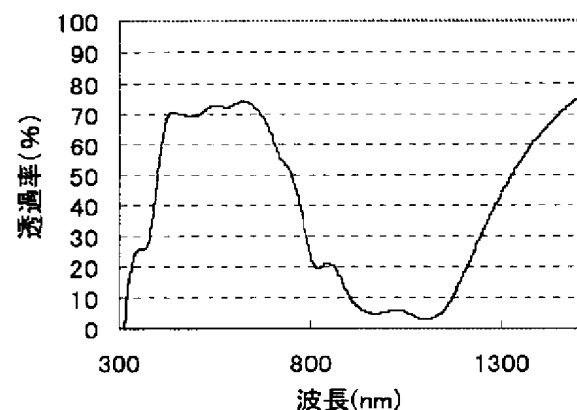
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 赤外線吸収フィルター

(57)【要約】

【課題】 近赤外線領域に急峻な吸収を有し、近赤外線領域の吸収率と吸収巾が大きく、かつ可視領域の光透過性が高く、更に環境安定性、加工性、生産性の良好な赤外線吸収フィルターを提供する。

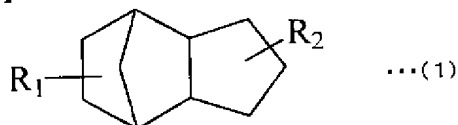
【解決手段】 赤外線吸収色素と高分子樹脂を主たる構成成分とする赤外線吸収層を透明基材に積層した赤外線吸収フィルターであって、前記赤外線吸収色素として少なくともジイモニウム塩化合物を含有し、前記高分子樹脂が特定の脂環族ジオール成分を60m o l %以上共重合したポリエステル樹脂であり、かつガラス転移温度が85～130℃であることを特徴とする赤外線吸収フィルター。



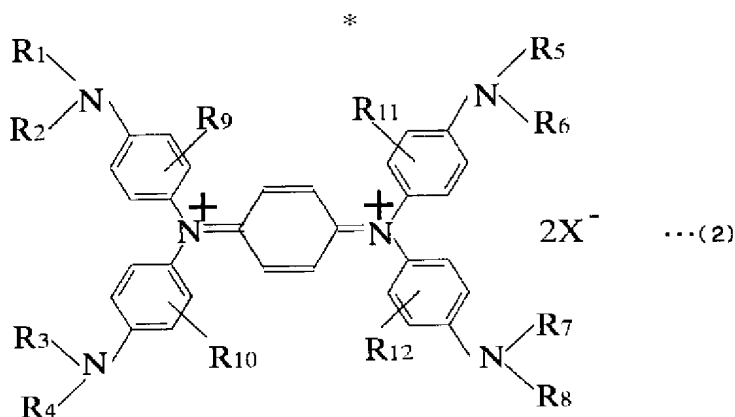
## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 赤外線吸収色素と高分子樹脂を主たる構成成分とする赤外線吸収層を透明基材に積層した赤外線吸収フィルターであって、前記赤外線吸収色素として少なくともジイモニウム塩化合物を含有し、前記高分子樹脂が一般式(1)で示される脂環族ジオール成分を60m o 1%以上共重合したポリエステル樹脂であり、かつガラス転移温度が85～130℃であることを特徴とする赤外線吸収フィルター。

## 【化1】



10



(式中、R<sub>1</sub>～R<sub>8</sub>は、水素原子、アルキル基、アリール基、アルケニル基、アラルキル基、アルキニル基を表わし、それぞれ同じであっても、異なっても良い。R<sub>9</sub>～R<sub>12</sub>は、水素原子、ハロゲン原子、アミノ基、アミド基、シアノ基、ニトロ基、カルボン酸基、アルキル基を表わし、それぞれ同じであっても、異なっても良い。R<sub>1</sub>～R<sub>12</sub>で置換基を結合できるものは置換基を有しても良い。X<sup>-</sup>は陰イオンを表わす。)

【請求項3】 前記赤外線吸収色素として、さらにフタロシアニン系化合物及びニッケル錯体系化合物の少なく※

\* (式中、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は、水酸基及び／又は炭素数1から8のヒドロシアルキレン基及び／又は炭素数1から4のヒドロシアルキレン基にアルキレノキシドを1～10m o 1%付加した基を示す。)

【請求項2】 請求項1記載のジイモニウム塩化合物が、一般式(2)で示される構造を有することを特徴とする赤外線吸収フィルター。

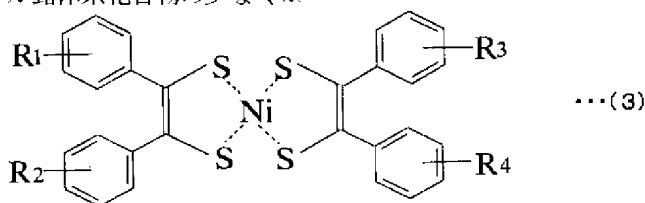
## 【化2】

※とも一種を使用することを特徴とする請求項1または2記載の赤外線吸収フィルター。

【請求項4】 請求項3記載のフタロシアニン系化合物が、含フッ素フタロシアニン系化合物であることを特徴とする赤外線吸収フィルター。

【請求項5】 前記ニッケル錯体系化合物が、一般式(3)で示される構造を有することを特徴とする請求項3または4記載の赤外線吸収フィルター。

## 【化3】



(式中、R<sub>1</sub>～R<sub>4</sub>は水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリール基、アラルキル基、アミノ基を表わす。)

【請求項6】 前記赤外線吸収層中の赤外線吸収色素の配合比が、ジイモニウム塩化合物1.0重量部に対して、フタロシアニン系化合物0.5～0.0重量部、ニッケル錯体系化合物1.0～0.0重量部であることを特徴とする請求項3乃至5記載の赤外線吸収フィルタ

★一。

【請求項7】 前記赤外線吸収層がコーティング法により透明基材に積層されることを特徴とする請求項1乃至6記載の赤外線吸収フィルター。

【請求項8】 前記透明基材がポリエステルフィルムであることを特徴とする請求項1乃至7記載の赤外線吸収フィルター。

【請求項9】 前記赤外線吸収層において、ポリエステ

ル樹脂の比重が1.05～1.35の範囲にあり、赤外線吸収色素の溶解度が1重量%以上であることを特徴とする請求項1乃至8記載の赤外線吸収フィルター。

【請求項10】 前記赤外線吸収層の残存溶剂量が5.0重量%以下であることを特徴とする請求項1乃至9記載の赤外線吸収フィルター。

【請求項11】 前記ポリエステル樹脂のガラス転移点温度が85～130℃であることを特徴とする請求項1乃至10記載の赤外線吸収フィルター。

【請求項12】 最外層に反射防止層を有することを特徴とする請求項1乃至11記載の赤外線吸収フィルター。

【請求項13】 最外層に防眩処理層を有することを特徴とする請求項1乃至12記載の赤外線吸収フィルター。

【請求項14】 請求項1乃至13記載のフィルターをプラズマディスプレイの前面に設置することを特徴とする赤外線吸収フィルター。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、光学フィルターに関するもので、特に可視光線領域に透過率が高く、800nmから1200nmの近赤外線を効率よく遮断する光学フィルターに関するもので、プラズマディスプレイ（以下、PDPと略す）の前面から放出される赤外線を遮断するのに適する。

【0002】

【従来の技術】従来、熱線吸収フィルターや、ビデオカメラ視感度補正用フィルター、等には次に示されるような物が広く使われてきた。

①燐酸系ガラスに、銅や鉄などの金属イオンを含有したフィルター（特開昭60-235740号公報、特開昭62-153144号公報など）。

②基板上に屈折率の異なる層を積層し、透過光を干渉させることで特定の波長を透過させる干渉フィルター（特開昭55-21091号公報、特開昭59-184745号公報など）。

③共重合体に銅イオンを含有するアクリル系樹脂フィルター（特開平6-324213号公報）。

④バインダー樹脂に色素を分散した構成のフィルター（特開昭57-21458号公報、特開昭57-198413号公報、特開昭60-43605号公報、特再平9-838855号公報、特開平11-116826号公報など）。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記の赤外線吸収フィルターには、それぞれ以下に示すような問題点がある。

【0004】前記①の方式では、近赤外線領域に急峻に吸収が有り、赤外線遮断率は非常に良好であるが、可視

領域の赤色の一部も大きく吸収してしまい、透過色は青色に見える。ディスプレイ用途では色バランスを重視され、このような場合、使用するのに困難である。また、ガラスであるために加工性にも問題がある。

【0005】前記②の方式の場合、光学特性は自由に設計でき、ほぼ設計と同等のフィルタを製造することが可能である。しかしながら、その反面、屈折率差のある層の積層枚数を非常に多くする必要があり、製造コストが高くなるという欠点がある。また、大面積を必要とする場合、全面積にわたって高い精度の膜厚均一性が要求されるため製造が困難である。

【0006】前記③の方式の場合、①の方式の加工性は改善される。しかし、①の方式と同様に急峻な吸収特性が有るものの、赤色部分にも吸収が有りフィルターが青く見えてしまう問題点は変わらない。

【0007】前記④の方式は、赤外線吸収色素として、フタロシアニン系、ニッケル錯体系、アゾ化合物、ポリメチン系、ジフェニルメタン系、トリフェニルメタン系、キノン系、など多くの色素が用いられている。しかし、その多くは吸収が不十分であったり、可視領域で特定の波長の吸収が有るなどの問題点を有している。

【0008】近年、薄形大画面のディスプレイとして開発されているPDPは、その前面から放出される近赤外線がリモコン等の誤動作を招くことがあり、この近赤外線をカットする赤外線吸収フィルタを前面に設置することが必要とされる。しかしながら、このPDP用の赤外線遮断フィルターにおいても、前記①～④の赤外線吸収フィルターでは十分な要求に到達していないのが現状である。

【0009】しかしながら、前記④の方式で、赤外線吸収色素にジモニウム塩系化合物を用いた場合、上記問題点を克服し、近赤外線領域の吸収が大きく、かつ可視領域での吸収が少ないといった要求に満足するフィルターを得ることができる。さらに、PDP用赤外線吸収フィルターとしても適した性能を得ることができる。

【0010】ところが、ジモニウム塩系化合物を用いたフィルターを高温下や加温下に長時間放置すると、吸収が小さくなったり、可視領域に特定の吸収が現れ、黄緑色に変化してしまうという問題がある。この対策として、ガラス転移温度を適度に高くしたポリエステル系樹脂を用いることが提案されている。例えば、特再平9-838855号公報及び特開平11-116826号公報には、特定の芳香族ジオールを10mole%以上共重合したポリエステル樹脂に赤外線吸収色素を混合したものが例示されている。しかし、前記の芳香族ジオールを用いた組成範囲では、逆にガラス転移温度が高くなりすぎるため、共重合ポリエステル樹脂を近赤外線吸収色素及び溶剤と混合して基材フィルムにコーティングした場合、乾燥に時間を要したり、乾燥不足による残留溶剤のため環境安定性の劣化を招いたり、また、塗布乾燥後に

フィルムがカールしてしまうなどの問題がある。さらに、前記共重合ポリエステル樹脂の中には溶剤中での溶解性が低くなり、コーティング適性に耐えないものもある。

【0011】本発明の目的は、近赤外線領域に急峻な吸収を有し、近赤外線領域の吸収率と吸収巾が大きく、かつ可視領域の光透過性が高く、更に環境安定性、加工性、生産性の良好な赤外線吸収フィルターを提供することにある。

【0012】

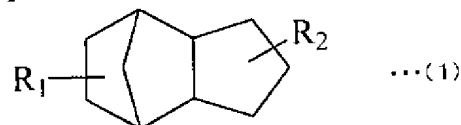
【課題を解決するための手段】本発明は、上記のような状況に鑑みなされたものであって、前記課題を解決することができた赤外線吸収フィルターとは、以下の通りである。

【0013】本発明の第1の発明は、赤外線吸収色素と高分子樹脂を主たる構成成分とする赤外線吸収層を透明基材に積層した赤外線吸収フィルターであって、前記赤外線吸収色素として少なくともジモニウム塩化合物を含有し、前記高分子樹脂が一般式(1)で示される脂環\*

\*族ジオール成分を60mole%以上共重合したポリエステル樹脂であり、かつガラス転移温度が85～130℃であることを特徴とする赤外線吸収フィルターである。

【0014】

【化4】



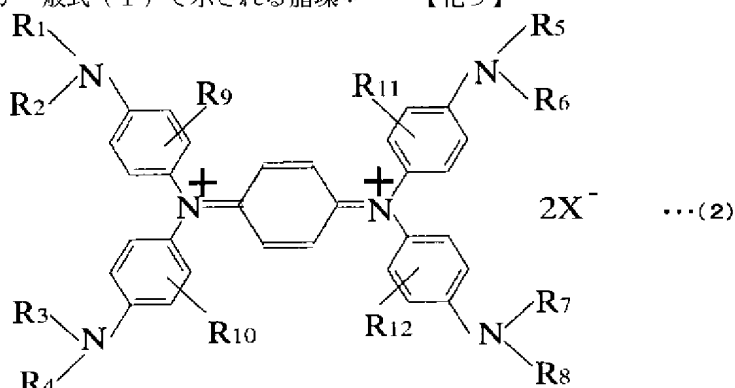
10

【0015】(式中、R1およびR2は、水酸基及び／又は炭素数1から8のヒドロキアルキレン基及び／又は炭素数1から4のヒドロキアルキレン基にアルキレノキシドを1～10mole%付加した基を示す。)

【0016】第2の発明は、第1の発明に記載のジモニウム塩化合物が、一般式(2)で示される構造を有することを特徴とする赤外線吸収フィルターである。

【0017】

【化5】



【0018】(式中、R1～R8は、水素原子、アルキル基、アリール基、アルケニル基、アラルキル基、アルキニル基を表わし、それぞれ同じであっても、異なっても良い。R9～R12は、水素原子、ハロゲン原子、アミノ基、アミド基、シアノ基、ニトロ基、カルボン酸基、アルキル基を表わし、それぞれ同じであっても、異なっても良い。R1～R12で置換基を結合できるものは置換基を有しても良い。X<sup>-</sup>は陰イオンを表わす。)

【0019】第3の発明は、前記赤外線吸収色素として、さらにフタロシアニン系化合物及びニッケル錯体化合物の少なくとも一種を使用することを特徴とする第\*

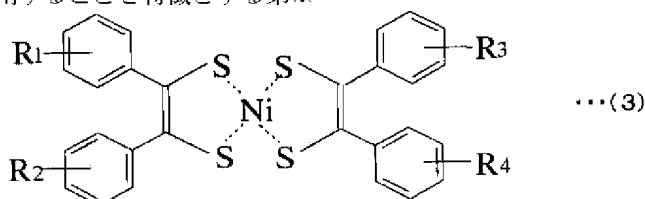
※1または2の発明に記載の赤外線吸収フィルターである。

【0020】第4の発明は、第3の発明に記載のフタロシアニン系化合物が、含フッ素フタロシアニン系化合物であることを特徴とする赤外線吸収フィルターである。

【0021】第5の発明は、前記ニッケル錯体化合物が、一般式(3)で示される構造を有することを特徴とする第3または4の発明に記載の赤外線吸収フィルターである。

【0022】

【化6】



【0023】(式中、R1～R4は水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリール基、アラルキ★50

★ル基、アミノ基を表わす。)

【0024】第6の発明は、前記赤外線吸収層中の赤外

線吸収色素の配合比が、ジイモニウム塩化合物1.0重量部に対して、フタロシアニン系化合物0.5~0.0重量部、ニッケル錯体系化合物1.0~0.0重量部であることを特徴とする第3乃至5の発明に記載の赤外線吸収フィルターである。

【0025】第7の発明は、前記赤外線吸収層がコーティング法により透明基材に積層されることを特徴とする第1乃至6の発明に記載の赤外線吸収フィルターである。

【0026】第8の発明は、前記透明基材がポリエステルフィルムであることを特徴とする第1乃至7の発明に記載の赤外線吸収フィルターである。

【0027】第9の発明は、前記赤外線吸収層において、ポリエステル樹脂の比重が1.05~1.35の範囲にあり、赤外線吸収色素の溶解度が1重量%以上であることを特徴とする第1乃至8の発明に記載の赤外線吸収フィルターである。

【0028】第10の発明は、前記赤外線吸収層の残存溶剂量が5.0重量%以下であることを特徴とする第1乃至9の発明に記載の赤外線吸収フィルターである。

【0029】第11の発明は、前記ポリエステル樹脂のガラス転移点温度が85~130℃であることを特徴とする第1乃至10の発明に記載の赤外線吸収フィルターである。

\*【0030】第12の発明は、最外層に反射防止層を有することを特徴とする第1乃至11の発明に記載の赤外線吸収フィルターである。

【0031】第13の発明は、最外層に防眩処理層を有することを特徴とする第1乃至12記載の赤外線吸収フィルターである。

【0032】第14の発明は、第1乃至13の発明に記載のフィルターをプラズマディスプレイの前面に設置することを特徴とする赤外線吸収フィルターである。

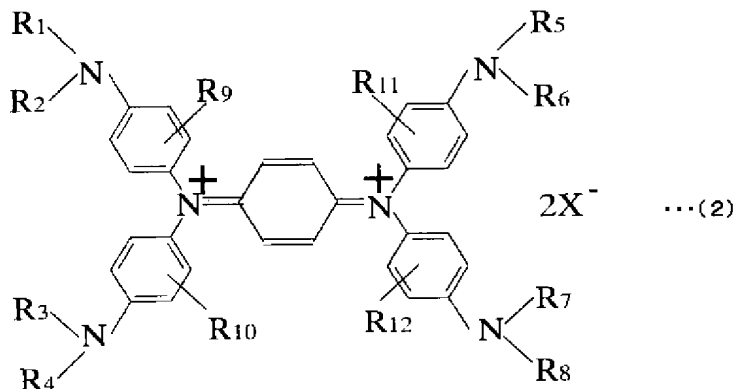
【0033】

【発明の実施の形態】本発明の赤外線吸収フィルターは、赤外線吸収色素と高分子樹脂を主たる構成成分とする赤外線吸収層を透明基材に積層した構成をしている。以下、本発明の赤外線吸収フィルターにおける実施の形態を説明する。

【0034】本発明の赤外線吸収フィルターにおいて、赤外線吸収色素として少なくともジイモニウム塩化合物を使用することが必要である。使用するジイモニウム塩化合物は、近赤外域の吸収が大きく、かつ可視光透過率が高いものであれば、何でも良いが、特に一般式(2)で示される構造式のものが好ましい。

【0035】

【化7】



【0036】(式中、R<sub>1</sub>~R<sub>8</sub>は、水素原子、アルキル基、アリール基、アルケニル基、アラルキル基を表わし、それぞれ同じであっても、異なっても良い。R<sub>9</sub>~R<sub>12</sub>は、水素原子、ハロゲン原子、アミノ基、アミド基、シアノ基、ニトロ基、カルボキシル基、アルキル基を表わし、それぞれ同じであっても、異なっても良い。R<sub>1</sub>~R<sub>12</sub>で置換基を結合できるものは置換基を有しても良い。X<sup>-</sup>は陰イオンを表わす。)

【0037】上記の一般式(2)のR<sub>1</sub>~R<sub>8</sub>において、アルキル基としては、メチル基、エチル基、n-プロピル基、iso-プロピル基、n-ブチル基、iso-ブチル基、n-ペンチル基、n-ヘキシル基、n-オクチル基、2-ヒドロキシエチル基、2-シアノエチル基、3-ヒドロキシプロピル基、3-シアノプロピル基、メトキシエチル基、エトキシエチル基、ブ

※トキシエチル基などが例示される。また、アリール基としては、フェニル基、フルオロフェニル基、クロロフェニル基、トリル基、ジエチルアミノフェニル、ナフチル基などが、アルケニル基としては、ビニル基、プロペニル基、ブテニル基、ペンテニル基などが挙げられる。さらに、アラルキル基としては、ベンジル基、p-フルオロベンジル基、p-クロロフェニル基、フェニルプロピル基、ナフチルエチル基などが挙げられる。

【0038】また、一般式(2)のR<sub>9</sub>~R<sub>12</sub>は、水素、フッ素、塩素、臭素、ジエチルアミノ基、ジメチルアミノ基、シアノ基、ニトロ基、メチル基、エチル基、トリフルオロメチル基などが挙げられる。X<sup>-</sup>は、フッ素イオン、塩素イオン、臭素イオン、ヨウ素イオン、過塩素酸塩イオン、ヘキサフルオロアンチモン酸イオン、ヘキサフルオロリン酸イオン、テトラフルオロホウ酸イ

オンなどが挙げられる。ただし、本発明では上記で挙げたものに限定されるものではない。

【0039】本発明で使用する赤外線吸収色素は、前記のジイモニウム塩化合物の他に、さらにフタロシアニン系化合物及びニッケル錯体系化合物の少なくとも一種を併用することが好ましい。本発明で用いられるフタロシアニン系化合物及び／又はチオニッケル系錯体化合物は、特に規制されるものではないが、前記ジイモニウム塩化合物の近赤外領域の吸収を補うことが好ましい。

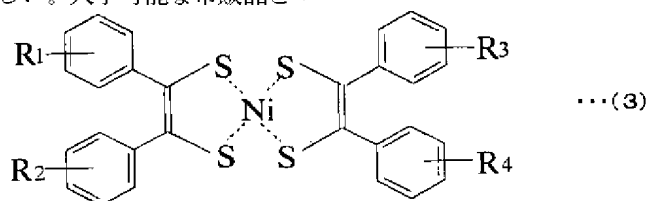
【0040】フタロシアニン化合物としては、含フッ素フタロシアニン化合物が好ましい。入手可能な市販品と\*

\*としては、日本触媒社製Excolor IR1、IR2、IR3、IR4、TX-EX805K、TX-EX810K、TX-EX811K、TX-EX812Kなどが挙げられる。なかでも、IR1、TX-EX811Kが特に好ましい。

【0041】チオニッケル錯体系化合物としては、一般式(3)で表される構造式のものが好ましい。市販品としては、三井化学社製SIR-128、SIR-130、SIR-132、SIR-159などが挙げられる。なかでも、SIR-128、SIR-159が特に好ましい。

【0042】

【化8】



【0043】(R<sub>1</sub>~R<sub>4</sub>)は、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリール基、アラルキル基、アミノ基を表わす。)

【0044】本発明の赤外線吸収フィルターの赤外線吸収層に含有させる前記赤外線吸収色素の配合比は、ジイモニウム化合物1.0重量部に対して、含フッ素フタロシアニン系化合物0.5~0.0重量部、ニッケル錯体系化合物1.0~0.0重量部であることが、近赤外線領域に急峻な吸収を有し、近赤外線領域の吸収率と吸収巾が大きく、かつ可視領域の光透過性を高くする点から、より好ましい。

【0045】本発明で赤外線吸収層の主たる構成成分である高分子樹脂は、多価カルボン酸と多価アルコールからなるポリエステル樹脂である。多価カルボン酸としては、具体的には以下のものが例示される。

(1) テレフタル酸、イソフタル酸、オルソフタル酸、1,5-ナフタレンジカルボン酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、ジフェン酸、スルホテレフタル酸、5-スルホイソフタル酸、4-スルホフタル酸、4-スルホナフタレン-2,7-ジカルボン酸、5〔4-スルホフェノキシ〕イソフタル酸、スルホテレフタル酸、及び／又はそれらの金属塩、アンモニウム塩などの芳香族ジカルボン酸

(2) p-オキシ安息香酸、p-(ヒドロキシエトキシ)安息香酸などの芳香族オキシカルボン酸

(3) コハク酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカンジカルボン酸等の脂肪族ジカルボン酸

(4) フマル酸、マレイン酸、イタコン酸、ヘキサヒドロフタル酸、テトラヒドロフタル酸、などの不飽和脂肪族ジカルボン酸及び脂環族ジカルボン酸

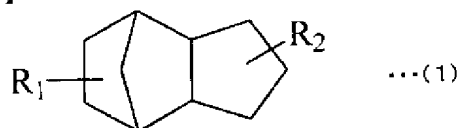
(5) トリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸等の三価以上の多価カルボン酸

【0046】また、多価アルコールとしては、一般式 ※50

※(1)で示される脂環族ジオールを必須成分とし、前記脂環族ジオール成分を60mol%以上ポリエステル樹脂に共重合させることが必要である。

【0047】

【化9】



【0048】一般式(1)で示される脂環族ジオールとしては、トリシクロデカンジメチロール、トリシクロデカンジエチロール、トリシクロデカンジプロピロール、トリシクロデカンジブタノール、ジメチルトリシクロデカンジメチロール等が挙げられる。これらのうち、R<sub>1</sub>及びR<sub>2</sub>共にメチロール基であるトリシクロデカンジメチロールが特に好ましい。

【0049】また、本発明で用いる赤外線吸収層の主たる構成成分であるポリエステル樹脂の多価アルコール成分として、一般式(1)で示される脂環族ジオール成分以外にも、適宜、脂肪族多価アルコール、脂環族多価アルコール、芳香族多価アルコールなどを多価アルコール成分の40mol%以下の範囲で共重合することができる。

【0050】例えば、上記脂肪族多価アルコールとしては、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、2,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサングリコール、ネオペンチルグリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラメチレングリコール等の脂肪族ジオール、トリメチロ

## 11

ールエタン、トリメチロールプロパン、グリセリン、ペンタエルスリトール等のトリオールおよびテトラオールなどを例示することができる。

【0051】脂環族多価アルコール類としては、1, 4-シクロヘキサンジオール、1, 4-シクロヘキサンジメタノール、スピログリコール、水素化ビスフェノールA、水素化ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物およびプロピレンオキサイド付加物、トリシクロデカンジオール、トリシクロデカンジメタノールなどを例示することができる。

【0052】芳香族多価アルコール類としては、バラキシレングリコール、メタキシレングリコール、オルトキシレングリコール、1, 4-フェニレングリコール、1, 4-フェニレングリコールのエチレンオキサイド付加物、ビスフェノールA、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物およびプロピレンオキサイド付加物などを例示することができる。

【0053】さらに、その他の多価アルコールとして、ε-カプロラクトンなどのラクトン類を開環重合して得られる、ラクトン系ポリエステルポリオール類などを例示することができる。

【0054】これらの他、前記ポリエステル樹脂の末端の極性基を封鎖するために、単官能単量体をポリエステル樹脂に導入してもよい。

【0055】単官能単量体としては、安息香酸、クロロ安息香酸、ブromo安息香酸、パラヒドロキシ安息香酸、スルホ安息香酸モノアンモニウム塩、スルホ安息香酸モノナトリウム塩、シクロヘキシルアミノカルボニル安息香酸、n-ドデシルアミノカルボニル安息香酸、ターシヤルブチル安息香酸、ナフタレンカルボン酸、4-メチル安息香酸、3-メチル安息香酸、サリチル酸、チオサリチル酸、フェニル酢酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、イソ酪酸、オクタンカルボン酸、ラウリル酸、ステアリル酸、およびこれらの低級アルキルエステル、等のモノカルボン酸類、あるいは脂肪族アルコール、芳香族アルコール、脂環族アルコール等のモノアルコールを用いることができる。

【0056】特再平9-838855号公報及び特開平11-116826号公報には、特定の芳香族ジオールを10m o 1%以上共重合したポリエステル樹脂が開示されているが、本発明では、一般式(1)で示される脂環族ジオールを60m o 1%以上ポリエステル樹脂に共重合とすることで、溶剤溶解性及びコーティング適性の点で極めて優れることを見出した。

【0057】前記脂環族ジオールが60m o 1%未満の場合、溶剤溶解性が向上しコーティングしやすくなるが、共重合ポリエステル樹脂のガラス転移温度が低下し、赤外線吸収色素を混合した場合の環境安定性が劣化してしまう。また、本発明では一般式(1)で示される脂環族ジオール成分の共重合量の上限は95m o 1%未

## 12

満とすることが好ましい。95m o 1%以上の場合、共重合ポリエステル樹脂の重合度が上がりにくく、その結果、非常に脆くなる傾向があるので好ましくない。

【0058】本発明では、近赤外線吸収色素の分散媒となる共重合ポリエステル樹脂のガラス転移温度は、耐候性を向上させる為に、赤外線吸収フィルターを利用する機器の使用保証温度以上であることが必要である。

【0059】ガラス転移温度が機器使用温度以下であると、赤外線吸収色素であるジモニウム塩化合物が、共重合ポリエステル自体と反応したり、共重合ポリエステル中に分散された他の赤外線吸収色素と反応したりする。また、加湿下では、共重合ポリエステルが外気中の水分などの吸収が大きくなり、赤外線吸収色素や共重合ポリエステルの劣化が大きくなる。

【0060】本発明において、赤外線吸収層の主たる構成成分である共重合ポリエステル樹脂のガラス転移温度は、85~130℃であることが必要であり、好ましくは90~110℃である。ガラス転移温度が85℃未満の場合、先に述べたようにジモニウム塩化合物が変性する。また、ガラス転移温度が130℃を超えた場合、共重合ポリエステル樹脂を溶剤に溶解し、透明基材上にコーティングし十分な乾燥をしようとする際に高温にしなければならず、ジモニウム塩化合物が変性してしまう。また、他の耐熱性の弱い赤外線吸収色素の劣化も招く。さらに、低温で乾燥した場合、乾燥時間が長くせざるを得ず、そのため生産性が悪くなり、安価な赤外線吸収フィルターを作ることができなくなる。また、十分な乾燥ができない可能性もある。

【0061】本発明の赤外線吸収フィルターは、赤外線吸収層の残存溶剤量が5.0重量%以下であることが好ましい。溶剤系のコーティング法で赤外線吸収層を形成した場合、残留溶剤量が5.0重量%を超えても、見た目には乾燥していて、ブロッキング等も発生していなくても、見かけのガラス転移温度が著しく低下する。特に、赤外線吸収色素としてジモニウム塩化合物を使った場合、高温、加湿下に長時間放置した際に、ジモニウム塩系色素が変性してしまい、フィルタが黄緑色に変色してしまうという問題がある。

【0062】本発明において、赤外線吸収層の残留溶剤量が0.05~3.0重量%であることが特に好ましい。残留溶剤量が0.05重量%未満では、高温高湿下に長時間放置した場合の近赤外線吸収色素の変性は小さくなるが、0.05重量%未満にするために必要な熱によって近赤外線吸収色素が変性しやすくなる。

【0063】赤外線吸収層の残留溶剤量を5.0重量%以下にするためには、下記式(4)~(6)の乾燥条件を同時に満足させることが必要である。下記式(4)~(6)で用いた因子の単位は、風速がm/秒、熱風温度が℃、乾燥時間が分、コート厚みがμmである。

10

20

30

40

50

風速 $\times$ (熱風温度-20) $\times$ 乾燥時間/コート厚み $>48$  …(4)

熱風温度: $\geq 80^{\circ}\text{C}$  …(5)

乾燥時間: $\leq 60$ 分 …(6)

【0064】本発明において、赤外線吸収層に用いられる共重合ポリエステル樹脂としては、比重が1.05～1.35の範囲にあり、前記の赤外線吸収色素の溶解度が1重量%以上であるものが好ましい。

【0065】本発明の赤外線吸収層の透明基材は高分子フィルムであることが好ましく、フィルムを構成する樹脂としては、ポリエステル系、アクリル系、セルロース系、ポリエチレン系、ポリプロピレン系、ポリオレフィン系、ポリ塩化ビニル系、ポリカーボネート、フェノール系、ウレタン系樹脂などが挙げられるが、特に限定されない。なかでも、環境負荷、コストパフォーマンスなどの観点から、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン-2,6-ナフタレートなどのポリエステル系樹脂が好ましい。なかでも、ポリエチレンテレフタレート(以後、PETと略す)が特に好適である。以下、PETを例に挙げ詳しく説明する。

【0066】PET樹脂の製造は、テレフタル酸とエチレングリコールを出発原料とし、エステル化反応を経て重縮合する公知の直接重合法、またはテレフタル酸ジメチルとエチレングリコールを出発原料としエステル交換反応を経て重縮合する公知のエステル交換法のいずれかを用いることができる。直接重合法の場合、PET樹脂中に含有させるものとしては、重縮合触媒( $\text{Sb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sb}$ グリコラートなど)、熱安定化剤(トリメチルフォスフェートなどのP系化合物)、静電印可法を用いて未延伸フィルムを製造する際の密着性改良剤(グリコール可溶性のアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩など)が挙げられる。エステル交換法の場合、上記化合物のほか

にエステル交換反応触媒( $\text{Mg}$ 、 $\text{Ca}$ 、 $\text{Zn}$ 、 $\text{Mn}$ などの酢酸塩など)が必要である。特に、重縮合触媒として $\text{Sb}_2\text{O}_3$ を使用した場合、重合時及び/または未延伸PETフィルムの製造時に、 $\text{Sb}_2\text{O}_3$ が金属 $\text{Sb}$ に還元され、フィルム表面に凝集物として析出しやすくなる。これがフィルムにおける光学欠点の原因の1つとなるため、重縮合時間を著しく遅くしない範囲で、できるだけ $\text{Sb}_2\text{O}_3$ の含有量を低減させることが好ましい。

【0067】PETフィルム中に大きさ $20\mu\text{m}$ 以上の異物をフィルムの単位面積当たり10個/ $\text{m}^2$ 以下とするためには、PET樹脂中の $\text{Sb}_2\text{O}_3$ の含有量を $\text{Sb}$ 元素として50～250ppmとすることが好ましく、50～200ppmがさらに好ましく、特に好ましくは70～150ppmである。また、PET樹脂中には、一般に易滑性付与などを目的で不活性粒子及び内部析出粒子を含有させるが、透明性を向上させ、かつ上記異物を低減する点から、これらの粒子は実質上含有させないことが必要である。粒子を実質上含有していないとは、例\*

例えば無機粒子を例に挙げると、フィルム中の無機粒子の含有量が、蛍光X線で分析した際の検出限界よりも少ない含有量であることを意味する。

【0068】さらに、重縮合完了後PET樹脂を孔径(95%カット)が $7\mu\text{m}$ 以下のナスロン製フィルターで濾過処理を行ったり、熔融樹脂をストランド状に冷却水中に押し出す際に予め冷却水を濾過処理(孔径: $1\mu\text{m}$ 以下)し、かつこの工程を密閉した部屋とし、ヘパフィルターで環境中の $1\mu\text{m}$ 以上の異物を低減させておくことは、基材フィルムの原料となるPET樹脂中の大きさ $20\mu\text{m}$ 以上の異物をフィルムの単位面積当たり10個/ $\text{m}^2$ 以下とするのに好ましい。

【0069】また、PET樹脂の極限粘度は、0.45～0.70dl/gの範囲が好ましい。さらに好ましくは0.50～0.67dl/gであり、特に好ましくは0.55～0.65dl/gである。極限粘度が0.45dl/gよりも低いと、フィルム製造時に破断が多発し、かつ強伸度特性が不十分となる。一方、0.70dl/gより大きいと、濾圧上昇が大きくなり異物除去のための高精度濾過が困難となり好ましくない。

【0070】不活性粒子及び内部析出粒子を実質的に含有していないPET樹脂を十分に真空乾燥した後、押出し機に供給し、約 $280^{\circ}\text{C}$ でシート状に熔融押し出し、冷却固化せしめて未延伸PETシートを製膜する。この際、PET樹脂中に含まれている異物をさらに除去するために、熔融樹脂が約 $280^{\circ}\text{C}$ に保たれた任意の場所で、樹脂中に含まれる異物を除去するために前記高精度濾過を行う。

【0071】熔融樹脂の高精度濾過に用いられる濾材は、特に限定はされないが、ステンレス焼結体の濾材の場合、原料PET樹脂中の触媒や添加物、反応缶壁からの落下物、外部コンタミ物に起因する粗大異物及び高融点有機物などの大きさ $20\mu\text{m}$ 以上の異物をフィルムの単位面積当たり10個/ $\text{m}^2$ 以下とするのに好適である。熔融樹脂の高精度濾過に用いられる濾材の濾過粒子サイズ(初期濾過効率95%)を $15\mu\text{m}$ 以下とすることが好ましい。濾材の濾過粒子サイズが $15\mu\text{m}$ を超えると、 $20\mu\text{m}$ 以上の異物の除去が不十分となりやすい。濾過粒子サイズ(初期濾過効率95%)が $15\mu\text{m}$ 以下の濾材を使用して熔融樹脂の高精度濾過を行うことにより、生産性が低下する場合があるが、光学欠点が少なく、かつ透明性に優れたPETフィルムを得るには極めて重要である。

【0072】未延伸フィルムを冷却する方法としては、熔融樹脂を回転冷却ドラム上にダイスからシート状に押し出し、シート状熔融物を静電印可密着法により回転冷却ドラムに密着させながら、急冷してシートとする公知



の方法が適用できる。

【0073】本発明の赤外線吸収フィルターの透明基材となる高分子フィルムは、少なくとも一軸方向に延伸したフィルムであることが好ましく、二軸延伸フィルムであることが特に好ましい。二軸延伸フィルムは下記のような条件で製造する。

【0074】得られた未延伸フィルムを、80～120℃に加熱したロールで長手方向に少なくとも2段階以上に分け総縦延伸倍率が2.5～5.0倍となるよう延伸して、一軸配向PETフィルムを得る。さらに、フィルムの端部をクリップで把持して、80～180℃に加熱された熱風ゾーンに導き、幅方向に2.5～5.0倍に延伸する。また、この二軸延伸をロールによる傷の低減を目的に、前記逐次二軸延伸法の代わりに、テンターにてリニアモーター方式により駆動される同時二軸延伸法で行っても良い。なお、従来からある同時二軸延伸法でも構わない。引き続き200～240℃の熱処理ゾーンに導き、1～60秒間の熱処理を行い、結晶配向を完了させる。この熱処理工程中で、必要に応じて、幅方向及び／又は長手方向に3～10%の弛緩処理を施してもよい。

【0075】また、前記の二軸配向PETフィルムの少なくとも片面に、高分子易接着層を積層させることが好ましい。高分子易接着層は、上記フィルム製造工程中の任意の段階で、PETフィルムの少なくとも片面に、水溶性または水分散性樹脂からなる高分子易接着樹脂の塗布液を塗布・乾燥させて積層させることが好ましい。

【0076】上記水性塗布液を塗布する工程は、通常の塗布工程、すなわち二軸延伸し熱固定した基材フィルムに塗布する工程でもよいが、該フィルムの製造工程中に塗布するインラインコート法が好ましい。さらに好ましくは、結晶配向が完了する前の基材フィルムに塗布する。なお、未延伸フィルム作成後から塗布工程における空気中のクリーン度(0.5μ以上の粒子数/ft<sup>3</sup>)を、クラス100, 000となるようヘパフィルターによりコントロールすることは、フィルム表面に付着する異物を低減させるのに有効である。

【0077】未延伸あるいは一軸延伸後のポリエステルフィルム基材に上記塗布液を塗布した後、乾燥、延伸する場合、塗布後の乾燥工程では水等の溶剤分のみを取り除きかつ塗布層の架橋反応が進行しない温度及び時間を選定することが重要である。乾燥温度は70～140℃で行うことが好ましく、乾燥時間は塗布液及び塗布量に応じて調整するが、温度(℃)と時間(秒)の温度積として3000以下が好ましい。

【0078】水性塗布液中の固形分濃度は、30重量%以下であることが好ましく、特に好ましくは10重量%以下である。該水性塗布液が塗布・乾燥されたフィルムは、延伸および熱固定のためにテンターに導かれ、そこで加熱されて、熱架橋反応により安定な被膜を形成し、

二軸配向積層PETフィルムとなる。赤外線吸収層との良好な密着性を得るためには、熱処理工程において100℃以上でかつ1分間以上熱処理し、また熱処理後の易接着層の塗布量を0.05g/m<sup>2</sup>以上となるように塗工することが好ましい。

【0079】上記水性塗布液の塗布方法は、公知の方法で行うことができる。例えば、リバースロールコート法、グラビアコート法、キスコート法、ロールブラッシュ法、スプレーコート法、エアナイフコート法、ワイヤーバーバーコート法、パイプドクター法、含浸コート法およびカーテンコート法などが挙げられ、これらの方法を単独で、あるいは組み合わせることができる。

【0080】上記の高分子易接着樹脂は、特に限定されるものではないが、例えば水性ポリエステル樹脂、水性ポリウレタン樹脂、水性アクリル樹脂、アクリル酸グラフト系ポリエステル樹脂、マレイン酸グラフト系ポリエステル樹脂等が挙げられる。なかでも、前記の共重合ポリエステル系樹脂及びポリウレタン樹脂を主な構成成分とする高分子樹脂やマレイン酸グラフト系ポリエステル樹脂は、基材のPETフィルムや赤外線吸収層との接着性に優れ、かつ赤外線吸収フィルターの最外層に積層される反射防止層や防眩処理層との接着性にも優れており、さらに高い透明性も有することから好適である。したがって、基材のPETフィルムの赤外線吸収層を積層する表面、及び基材のPETフィルムの反射防止層あるいは防眩処理層を積層する表面には、前記の高分子易接着層、特に共重合ポリエステル系樹脂及びポリウレタン樹脂を主な構成成分とする高分子樹脂及び／又はマレイン酸グラフト系ポリエステル樹脂からなる易接着層を設けておくことが好ましい。

【0081】本発明の赤外線吸収フィルターの透明基材である二軸配向積層PETフィルムの易接着層に使用される水性塗布液には、熱架橋反応を促進させるため、触媒を添加しても良く、例えば無機物質、塩類、有機物質、アルカリ性物質、酸性物質および含金属有機化合物等、種々の化学物質が用いることができる。また水溶液のpHを調節するために、アルカリ性物質あるいは酸性物質を添加してもよい。

【0082】上記水性塗布液を基材フィルム表面に塗布する際には、該フィルムへの濡れ性を向上させ、塗布液を均一にコートするために、公知のアニオン性活性剤およびノニオン性の界面活性剤を必要量使用することができる。塗布液に用いる溶剤は、水のほかに、エタノール、イソプロピルアルコール、ベンジルアルコールなどのアルコール類を、全塗布液に占める割合が50重量%未満となるまで混合してもよい。さらに、10重量%未満であれば、アルコール類以外の有機溶剤を溶解可能な範囲で混合してもよい。ただし、塗布液中、アルコール類とその他の有機溶剤との合計は、50重量%未満とすることが好ましい。

【0083】有機溶剤の添加量が50重量%未満であれば、塗布乾燥時に乾燥性が向上するとともに、水のみの場合と比較して塗布膜の外観向上の効果がある。50重量%を越えると、溶剤の蒸発速度が速く塗工中に塗布液の濃度変化が起こり、粘度が上昇して塗工性が低下するために、塗布膜の外観不良を起こす恐れがあり、さらには火災などの危険性も考えられる。

【0084】本発明では基材フィルム中に易滑性付与などを目的とした粒子を含有していないため、上記水性塗布液中に粒子を含有させ、易接着層表面に適度な突起を形成させることが、フィルムのハンドリング性（滑り性、巻き性、耐ブロッキング性）、耐摩耗性、耐スクラッチ性などの点から好ましい。かかる粒子の例としては、炭酸カルシウム、リン酸カルシウム、シリカ、カオリン、タルク、二酸化チタン、アルミナ、硫酸バリウム、フッ化カルシウム、フッ化リチウム、ゼオライト、硫化モリブデンなどの無機粒子、架橋高分子粒子、シェウ酸カルシウム等の有機粒子を挙げることができる。これらの中でも、シリカ粒子はポリエステル樹脂と屈折率が比較的近く、高い透明性を有するフィルムを得ることができるため、最も好適である。

【0085】上記水性塗布液に含有する粒子の平均粒径は、0.01~1.0 $\mu$ mが好ましく、0.03~0.5 $\mu$ m以下が特に好ましい。平均粒径が1.0 $\mu$ mを超えると、フィルム表面が粗面化し、フィルムの透明性が低下する傾向がある。一方、平均粒径が0.01 $\mu$ m未満では、フィルムの滑り性、巻き性、ブロッキング性などが不十分となりやすい。

【0086】また、上記易接着層中の粒子含有量は、0.01~60重量%が好ましく、0.05~30重量%がさらに好ましく、さらに好ましくは0.1~10重量%である。易接着層中の粒子含有量が60重量%を超えると、フィルムの透明性が悪化しやすくなり、さらに易接着性が損なわれることがある。一方、易接着層中の粒子含有量が0.01重量%未満では、フィルムの滑り性、巻き性、ブロッキング性などが不十分となりやすい。

【0087】易接着層中に、前記粒子を2種類以上配合してもよく、同種の粒子で粒径の異なるものを併用してもよい。いずれにしても、粒子全体の平均粒径、および合計の含有量が上記した範囲を満足することが好ましい。

【0088】上記塗布液を塗布する際には、塗布液中の粒子の粗大凝集物を除去するために、塗布直前に塗布液が精密濾過されるように濾材を配置することが好ましい。

【0089】本発明で用いられる塗布液を精密濾過するための濾材の濾過粒子サイズを25 $\mu$ m以下（初期濾過効率95%）とすることは、高分子易接着層の表面及び／又は内部に、100 $\mu$ m以上の最大径を有する粗大物

を高分子易接着層の単位面積当たり3個/ $\text{m}^2$ 以下とするのに好適である。濾材の濾過粒子サイズが25 $\mu$ m以上では粗大凝集物を十分除去できず、除去できなかった多くの粗大凝集物は塗布乾燥後、易接着層が一軸延伸あるいは二軸延伸された際に、延伸応力により粗大凝集物が広がり、100 $\mu$ m以上の凝集物として認識され、結果として多くの光学欠点が発生する傾向がある。

【0090】塗布液を精密濾過するための濾材のタイプは上記性能を有していれば特に限定されないが、例えばフィラメント型、フェルト型、メッシュ型が好適である。塗布液を精密濾過するための濾材の材質は、上記粗大凝集物の除去性能を有し、且つ塗布液に悪影響を及ぼさなければ特に限定はされないが、例えばステンレス、ポリエチレン、ポリプロピレン、ナイロンなどの材質が好適である。

【0091】上記水性塗布液中には、易接着性及び透明性を阻害しない範囲で、粒子以外に帯電防止剤、紫外線吸収防止剤、可塑剤、抗菌剤、顔料、潤滑剤などの種々の添加剤を混合してもよい。

【0092】得られた易接着層を有する二軸延伸積層PETフィルムの厚みは、50~300 $\mu$ mが好ましく、特に好ましくは100~250 $\mu$ mである。フィルム厚みが50 $\mu$ m未満では、剛性が不十分となり好ましくない。一方、フィルム厚みが300 $\mu$ mを超えると、フィルム中に存在する光学欠点となる異物が増加し、全光線透過率を低下させるので好ましくない。

【0093】さらに、前記易接着層を有するPETフィルム中に大きさ20 $\mu$ m以上の異物がフィルムの単位面積当たり10個/ $\text{m}^2$ 以下であることが必要であり、好ましくは8個/ $\text{m}^2$ 以下、特に好ましくは6個/ $\text{m}^2$ 以下である。大きさ20 $\mu$ m以上の異物が10個/ $\text{m}^2$ を越えると、フィルム全体のヘイズ値が上がり、全光線透過率の低下を招いたりする。さらに、光学欠点の原因ともなり、赤外線吸収フィルターとして好ましくない。

【0094】大きさ20 $\mu$ m以上の異物がフィルムの単位面積当たり10個/ $\text{m}^2$ 以下とするためには、上記で説明したように、例えばフィルム用原料としてPET樹脂を使用する場合、以下の方法が好適である。

(1) PET製造時の重縮合触媒である $\text{Sb}_2\text{O}_3$ の含有量を通常より少なくすること（PETに対してSb元素として50~250ppmが好ましく、50~200ppmがさらに好ましく、特に好ましくは70~150ppm）。

(2) 不活性粒子及び内部析出粒子を実質上含有させないこと。

(3) 重縮合完了後PET樹脂を孔径（95%カット）が5 $\mu$ m以下のナスロン製フィルターで濾過処理を行ったり、溶融樹脂をストランド状に冷却水中に押し出す際に予め冷却水を濾過処理（孔径：1 $\mu$ m以下）し、かつこの工程をカーテンで仕切り、ヘパフィルターで環境

中の $1\mu\text{m}$ 以上の異物を除去すること。

(4) PETフィルム製造時の押出し工程で溶融PET樹脂を高精度濾過(濾材の初期濾過効率95%での濾過粒子サイズ: $\leq 15\mu\text{m}$ )とすること。

【0095】本発明の赤外線吸収フィルターの基材となるPETフィルムは、ヘイズ値が1.0%以下であることが好ましい。さらに好ましくは0.8%以下、特に好ましくは0.6%以下である。ヘイズ値が1.0%を超えると、このPETフィルムを基材とする赤外線吸収フィルターを使用したディスプレイの画面の鮮明度が低下するので好ましくない。ヘイズ値を1.0%以下とするためには、前記のフィルム中に不活性粒子及び内部析出粒子を実質上含有させず、かつ前述の粗大異物を除去する手段を採用し、さらに高分子易接着層を構成する樹脂として、共重合ポリエステル系樹脂及びポリウレタン樹脂を主な構成成分とする高分子樹脂及び/又はマレイン酸グラフト系ポリエステル樹脂を用いることが有効である。

【0096】前記で得られた二軸配向積層PETフィルムの少なくとも片面に高分子易接着層を積層したフィルムに、赤外線吸収層を積層する。赤外線吸収層の積層は透明高分子フィルムの易接着面でも良いし、易接着層のない面でもかまわない。

【0097】また、本発明の赤外線吸収フィルターの耐光性を一層向上させるために、UV吸収剤を赤外線吸収層に含有させてもよい。さらに、耐候性及び耐溶剤性を一層向上させるために、赤外線吸収色素を分散する高分子樹脂を、架橋剤を用いて架橋させても良い。また、本発明の赤外線吸収フィルターの赤外線吸収層中には、本発明の効果を阻害しない範囲で必要に応じて、更に他種の色素を混合しても構わない。

【0098】但し、PETフィルムの両面に赤外線吸収層を積層させた赤外線フィルターを製造する場合、赤外線吸収層によりフィルムの両面が平滑になるため、量産時ロール状に巻き取ることが困難となる。そこで、前記赤外線吸収層の少なくとも片面に不活性粒子を含有させ、赤外線吸収層表面に凹凸を形成させることにより、滑り性、巻き性、ブロッキング性などのハンドリング特性を改善させることが好ましい。不活性粒子は、赤外線吸収色素を分散させる高分子樹脂中に混合しておくことが好ましい。不活性粒子としては、透明性の点より、可視光線の波長よりも短波長である平均粒径が $0.01\sim 0.1\mu\text{m}$ のシリカ、アルミナなどの金属酸化物や、フッ素系樹脂、アクリル系樹脂、ポリエステル系樹脂の微粒子を使用することができる。また、本発明の赤外線吸収フィルターの赤外線吸収層には、耐光性を向上させる目的で、紫外線吸収剤を含有させることが好ましい。さらに、本発明の赤外線吸収フィルターの赤外線吸収層中には、本発明の効果を阻害しない範囲で必要に応じて、更に他種の色素を混合しても構わない。

【0099】基材のPETフィルムの少なくとも片面に赤外線吸収層を積層する際、メチルエチルケトン、テトラヒドロフラン、トルエンなどの溶剤で高分子樹脂を溶解させ、次いで赤外線吸収色素を分散させた塗布液を基材フィルムの少なくとも片面に塗布乾燥させることが好ましい。また、本発明の赤外線吸収フィルターの赤外線吸収層には、耐光性を向上させる目的で、紫外線吸収剤を含有させることが好ましい。さらに、本発明の赤外線吸収フィルターの赤外線吸収層中には、本発明の効果を阻害しない範囲で必要に応じて、更に他種の色素を混合しても構わない。

【0100】基材フィルムの両面に赤外線吸収層を塗布する場合、その方法は特に限定されるものではないが、一例として次に様な方法を用いることができる。例えば、一つのコーティングライン上に複数個のコーターヘッドを設けることにより、両面を同時にコーティングし両面同時に乾燥させる方法、または、初めに片面にコーティングし乾燥させた後、再度裏面をコーティングし乾燥させる方法などが挙げられる。

【0101】本発明の赤外線吸収フィルターは、赤外線吸収層と同一面または反対面に金属メッシュ導電層を積層することが好ましい。金属メッシュ導電層を積層することにより、ディスプレイから放出される有害電磁波を除去することが可能となる。金属メッシュ導電層としては、電気導性の高い金属箔をエッチング処理を施して、メッシュ状にしたものや、金属繊維を使った織物状のメッシュや、高分子繊維の表面に金属をメッキ等の手法を用いて付着させた繊維を用いても良い。

【0102】上記電磁波吸収層に用いられる金属メッシュの開口率は、ディスプレイ用途に用いた場合を考慮すると、50%以上とすることが好ましい。前記電磁波吸収層に使用される金属は、電気導性が高く、かつ安定性が良ければ、いかなる金属でも良く、特に限定されるものではない。加工性、コストなどの観点より、好ましくは、銅、ニッケル、タングステンなどが良い。

【0103】また、本発明の赤外線吸収フィルターは、最外層に耐スクラッチ性改善のために、ハードコート処理層(HC)を設けてもよい。このハードコート処理層(HC)としては、ポリエステル系樹脂、ウレタン系樹脂、アクリル系樹脂、メラミン系樹脂、エポキシ系樹脂、シリコン系樹脂、ポリイミド系樹脂などの硬化性樹脂を単体もしくは混合した架橋性樹脂硬化物層が好ましい。

【0104】このハードコート処理層(HC)の厚さは、 $1\sim 50\mu\text{m}$ の範囲が好ましく、さらに好ましくは $2\sim 30\mu\text{m}$ の範囲である。厚さが $1\mu\text{m}$ より薄い場合は、耐スクラッチ性が不十分となり、 $50\mu\text{m}$ を越える厚さでは、ハードコート用樹脂のコーティングの速度が著しく遅くなり、生産性の面で好ましくない。

【0105】ハードコート処理層(HC)を積層する方

法としては、PETフィルムの赤外線吸収層を設けた面の反対側の面に、上記の樹脂をグラビア方式、リバース方式、ダイ方式などでコーティングした後、熱、紫外線、電子線等のエネルギーを印加して硬化させる方法が好ましい。

【0106】また、本発明の赤外線吸収フィルターは、プラズマディスプレイなどに用いた場合の視認性向上のために、最外層に、防眩処理層（AG）を設けてもよい。防眩処理層（AG）は、硬化性樹脂をコーティング、乾燥後にエンボスロールで表面に凹凸を形成し、この後熱、紫外線、電子線等のエネルギーを印加し、硬化させることにより製造することができる。前記硬化性樹脂としては、ポリエステル系樹脂、ウレタン系樹脂、アクリル系樹脂、メラミン系樹脂、エポキシ系樹脂、シリコン系樹脂、ポリイミド系樹脂などの単体もしくは混合したものが好ましい。

【0107】さらに、本発明赤外線吸収フィルターをディスプレイに用いた際に可視光線の透過率をさらに向上させるために、最外層に反射防止処理層（AR）を設けてもよい。この反射防止処理層（AR）には、プラスチックフィルムの屈折率とは異なる屈折率を有する材料を単層もしくは2層以上の積層するのが好ましい。単層構造の場合、プラスチックフィルムよりも小さな屈折率を有する材料を用いるのがよい。また、2層以上の多層構造とする場合は、プラスチックフィルムと隣接する層には、プラスチックフィルムよりも大きな屈折率を有する材料を用い、この上の層にはこれよりも小さな屈折率を有する材料を選ぶことが好ましい。このような反射防止処理層（AR）を構成する材料としては、有機材料でも無機材料でも上記の屈折率の関係を満足すれば特に限定されないが、例えば、 $\text{CaF}_2$ 、 $\text{MgF}_2$ 、 $\text{NaAlF}_4$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{ThF}_4$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Nd}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SnO}_2$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{ZnS}$ 、 $\text{In}_2\text{O}_3$ などの誘電体を用いるのが好ましい。

【0108】この反射防止処理層（AR）の積層方法は、真空蒸着法、スパッタリング法、CVD法、イオンプレーティング法などのドライコーティングプロセスでも、グラビア方式、リバース方式、ダイ方式などのウェットコーティングプロセスでもよい。

【0109】さらに、このハードコート処理層（HC）、防眩処理層（AG）、反射防止処理層（AR）の積層に先立って、前処理として、コロナ放電処理、プラズマ処理、スパッタエッチング処理、電子線照射処理、紫外線照射処理、プライマ処理、易接着処理などの公知の処理を施してもよい。

#### 【0110】

【実施例】次に、本発明の赤外線吸収フィルターの製造方法について、実施例を用いて詳しく説明するが、当然これに限定されるものではない。実施例及び比較例で使

する。また、本明細書中で使用した特性値の評価は下記の方法によった。

#### 【0111】（1）ポリエステル樹脂の極限粘度

1, 1, 2, 2-テトラクロロエタン/フェノール（重量比：2/3）の混合溶媒中で、30℃での溶液粘度から求めた。

#### 【0112】（2）フィルム中異物及び塗布液中粗大凝集物の大きさ

以下に説明する光学欠点検出装置により、250mm×250mmのフィルム片16枚について、光学的に50μm以上の大きさと認識される光学欠点を検出した。

（光学欠点の検出原理）投光器として20W×2灯の蛍光灯をXYテーブル下方400mmに配置し、スリット幅10mmのマスクを設ける。投光器と受光器を結ぶ線上と測定するフィルム面の鉛直方向となす角度を12度で光を入射すると、そこに光学欠点が存在するとその部分が光り輝き、その光量をXYテーブル上方500mmに配置したCCDイメージセンサカメラで電気信号に変換し、その電気信号を増幅し、微分してスレッショールドレベルとコンパレータで比較して、光学欠点の検出信号を出力する。また、CCDイメージセンサカメラから入力されたビデオ信号を画像手順により光学欠点の大きさを計測し設定された大きさの光学欠点の位置を表示する。

【0113】前述の光学欠点検出装置を用い、検出した欠点部分から異物による光学欠点、及び塗布液中の粗大凝集物による光学欠点を選び出し、さらに適当な大きさに切り取って、スケール付き顕微鏡でフィルム面に対して垂直方向から観察した時の大きさを測定した。異物による光学欠点の場合は、異物の大きさの最大径を測定し、20μm以上の大きさの異物をフィルム単位面積（1m<sup>2</sup>）当たりの個数で求めた。塗布液中の粗大凝集物の場合、粗大凝集物の最大径を測定し、100μm以上の大きさの異物を易接着層の単位面積（1m<sup>2</sup>）当たりの個数で求めた。

#### 【0114】（3）ヘイズ値

JIS-K7105に準じ、ヘイズメーター（東京電色工業社製モデルTC-H3DP）を用いて測定した。

#### 【0115】（4）分光特性

自記分光光度計（日立U-3500型）を用い、波長1500～200nmの範囲で測定した。

#### 【0116】（5）環境安定性

温度60℃、湿度95%の雰囲気下でサンプルを500時間放置した後、上記記載の分光特性を測定した。

#### 【0117】（実施例1）

##### （1）高分子易接着層用塗布液の調整

本発明で透明高分子フィルムに積層する高分子易接着層に用いる塗布液を以下の方法に従って調製した。ジメチルテレフタレート95部、ジメチルイソフタレート95部、エチレングリコール35部、ネオペンチルグリコー

ル145部、酢酸亜鉛0.1部および三酸化アンチモン0.1部を反応容器に仕込み、180℃で3時間かけてエステル交換反応を行った。次に、5-ナトリウムイソフタル酸6.0部を添加し、240℃で1時間かけてエステル化反応を行った後、250℃で減圧下(13.3〜0.267hPa)で2時間かけて重縮合反応を行い、分子量19,500、軟化点60℃のポリエステル樹脂を得た。

【0118】得られたポリエステル樹脂(A)の30%水分散液を6.7部、重亜硫酸ソーダでブロックしたイソシアネート基を含有する自己架橋型ポリウレタン樹脂(B)の20%水溶液(第一工業製薬製:商品名エラストロンH-3)を40部、エラストロン用触媒(Cat64)を0.5部、水を44.3部およびイソプロピルアルコールを5部、それぞれ混合し、さらにアニオン系界面活性剤の10%水溶液を0.6部、球状シリカ粒子A(日産化学工業社製:スノーテックスOL、平均粒径40nm)の20%水分散液を1.8部、乾式法シリカ粒子B(日本アエロジル社製:アエロジルOX50、平均粒径500nm、平均一次粒径40nm)の4%水分散液を1.1部添加し塗布液とした。(以下、塗布液Aと略記する。)

#### 【0119】(2)PET樹脂の製造

エステル化反応缶を昇温し、200℃に到達した時点で、テレフタル酸を86.4重量部及びエチレングリコールを64.4重量部からなるスラリーを仕込み、攪拌しながら触媒として三酸化アンチモンを0.017重量部及びトリエチルアミンを0.16重量部添加した。次いで、加圧昇温を行いゲージ圧0.34MPa、240℃の条件で、加圧エステル化反応を行った。その後、エステル化反応缶内を常圧に戻し、酢酸マグネシウム4水和物0.071重量部、次いでリン酸トリメチル0.014重量部を添加した。さらに、15分かけて260℃に昇温し、リン酸トリメチル0.012重量部、次いで酢酸ナトリウム0.0036重量部を添加した。15分後、得られたエステル化反応生成物を重縮合反応缶に移送し、減圧下260℃から280℃へ徐々に昇温し、285℃で重縮合反応を行った。重縮合反応終了後、95%カット径が5μmのナスロン製フィルターで濾過処理を行った。溶融樹脂をノズルから冷却水槽中に押し出し、このストランド状PET樹脂をカットしてPETチップを得た。得られたPETチップ(A)は、極限粘度が0.62dl/g、Sb含有量が144ppm、Mg\*

テレフタル酸ジメチル  
イソフタル酸ジメチル  
エチレングリコール  
トリシクロデカンジメタノール  
三酸化アンチモン

を仕込み170〜220℃で180分間加熱してエステル交換反応を行った。次いで、反応系の温度を245℃※50

\*含有量が58ppm、P量が40ppm、カラーL値が56.2、カラーb値が1.6であり、不活性粒子及び内部析出粒子は実質上含有していなかった。

#### 【0120】(3)易接着フィルムの製膜

フィルム用原料として上記PETチップ(A)を使用し、135℃で6時間減圧乾燥(1.33hPa)した後、押し出し機に供給した。この際、溶融樹脂を濾過粒子サイズ(初期濾過効率95%)15μmのステンレス製焼結濾材を用いて、濾過処理を行った。次いで、約280℃の溶融樹脂をダイスからシート状に溶融押し出して、表面温度20℃に保った金属冷却ロール(チルロール)上で静電気を印可して急冷固化させ、厚さ1400μmの未延伸フィルムを得た。

【0121】次に、この未延伸フィルムを加熱されたロール群及び赤外線ヒーターを用いてで100℃に加熱し、その後周速差のあるロール群で長手方向に2段階に分け総縦延伸倍率が3.5倍となるように延伸して一軸配向PETフィルムを得た。

【0122】その後、前記塗布液を濾過粒子サイズ(初期濾過効率95%)25μmのフェルト型ポリプロピレン製濾材で精密濾過し、リバースロール法で前記一軸配向PETフィルムの片面に塗布、乾燥した。なお、未延伸キャストフィルム製造後から塗布工程における空気中のクリーン度(0.5μ以上の粒子数/ft<sup>3</sup>)はクラス100,000となるようヘパフィルターによりコントロールした。引き続き、フィルムの端部をクリップで把持してテンターの子熱ゾーンにおいて80℃で20秒間塗布層を乾燥させた後、横延伸ゾーンで幅方向に130℃で4.0倍に延伸した。続いて240℃で熱固定処理を行い、さらに200℃で3%の横緩和処理を行い、易接着層を有する厚さ100μmの二軸配向PETフィルムを得た。また、塗布量は固形分量として0.10g/m<sup>2</sup>であった。得られた易接着層を有する二軸配向PETフィルムは、フィルム中に粒子を実質上含有しておらず、フィルム中に存在する最大径が20μm以上の異物は6個/m<sup>2</sup>、易接着層の表面及び内部に存在する最大径が100μm以上の異物の個数は3個/m<sup>2</sup>であった。

#### 【0123】(4)赤外線吸収層用共重合ポリエステル樹脂の製造

赤外線吸収色素の分散媒となる共重合ポリエステル樹脂を以下の要領で製作した。温度計、攪拌機を備えたオートクレーブ中に、

136重量部  
58重量部  
93重量部  
137重量部  
0.09重量部

※まで昇温し、系の圧力1.33〜13.3hPaとして180分間反応を続け、共重合ポリエステル樹脂(A

1)を得た。共重合ポリエステル樹脂(A1)の極限粘度は0.40dl/g、ガラス転移温度は90℃、比重は1.245であった。

【0124】また、NMR分析による共重合ポリエステル樹脂(A1)の構成成分の組成比は、

酸成分

テレフタル酸 71mol%

イソフタル酸 29mol%

アルコール成分

エチレングリコール 31mol%

トリシクロデカンジメタノール 69mol%

であった。

【0125】(5)赤外線吸収フィルターの製造

次に、フラスコ中に、溶剤、前記共重合ポリエステル樹脂(A1)、及び赤外線吸収色素を表1に示すような組成で添加し、加熱しながら攪拌し、赤外線吸収色素及び共重合ポリエステル樹脂(A1)を溶解した。更に溶解した樹脂を前記易接着PETフィルム基材の易接着層面に、ギャップが100μmのアプリーターを用いて塗\*

\*布し、乾燥温度90℃で1時間乾燥させた。乾燥後の赤外線吸収層の厚みは25μm、残留溶剤量は1重量%であった。

【0126】得られた赤外線吸収フィルターは、目視での色目はダークグレーであった。図1にその分光特性を示す。図1に示すように、波長400nmから650nmまでの可視領域においては吸収が平らで、波長700nm以上では急峻に吸収がある赤外線吸収フィルターが得られた。また、ヘイズ値は0.5%と極めて小さく高透明であった。

【0127】得られた赤外線吸収フィルターを温度60℃、湿度95%RHの雰囲気中に500時間放置し、再度分光特性を測定したところ図2のようになり、若干の色変化は見られるが、近赤外線吸収特性を維持していた。また、得られたフィルターを、プラズマディスプレイの前面に配置したところ、色目の変化はなく、コントラストが向上し、かつ近赤外線の放射も低減していた。

【0128】

【表1】

材料		配合量 (重量部)
赤外線吸収色素	ジモニウム塩系化合物 日本化薬社製 Kyasorb IRG-022	3.2
	含フッ素フタロシアニン化合物 日本触媒社製 Excolor IR-1	0.5
	ニッケル錯体系化合物 三井化学社製 SIR-159	1.6
高分子樹脂	共重合ポリエステル樹脂(A1)	440
溶剤	メチルエチルケトン	490
	テトラヒドロフラン	490
	トルエン	490

【0129】(実施例2)実施例1の赤外線吸収フィルターの製造において、赤外線吸収層用塗布液の組成を表2に示すような組成に変更した以外は実施例1と同様な方法で、赤外線吸収フィルターを得た。乾燥後の赤外線吸収層の厚さは25μm、残留溶剤量は1重量%であつた。図3にその分光特性を示す。得られた赤外線吸収フ※

※フィルターを温度60℃、湿度95%RHの雰囲気中に500時間放置し、再度分光特性を測定したところ図4のようになり、若干の色変化は見られるが、近赤外線吸収特性を維持していた。

【0130】

【表2】

材 料		配 合 量 (重量部)
赤外線吸収色素	ジモニウム塩系化合物 日本化薬社製 Kyasorb IRG-022	3.2
高分子樹脂	共重合ポリエステル樹脂(A1)	440
溶 剤	メチルエチルケトン	490
	テトラヒドロフラン	490
	トルエン	490

【0131】(比較例1) 赤外線吸収層用高分子樹脂として、共重合ポリエステル樹脂(東洋紡績社製、バイロンRV200、比重1.255、ガラス転移温度67℃)を用いる以外は、実施例1と同様にして赤外線吸収層用塗布液を調整し、赤外線吸収フィルターを得た。乾燥後の赤外線吸収層の厚さは25μmであった。得られた赤外線吸収フィルターは、目視での色目はダークグレーであった。図5にその分光特性を示す。図5に示すように、波長400nmから650nmまでの可視領域に 20  
おいては吸収が平らで、波長700nm以上では急峻に\*

テレフタル酸ジメチル  
イソフタル酸ジメチル  
エチレングリコール  
トリシクロデカンジメタノール  
三酸化アンチモン

136重量部  
58重量部  
105重量部  
98重量部  
0.09重量部

を仕込み170～220℃で180分間加熱してエステル交換反応を行った。次いで、反応系の温度を245℃まで昇温し、系の圧力1.33～13.3hPaとして180分間反応を続け、共重合ポリエステル樹脂(A2)を得た。この共重合ポリエステル樹脂の極限粘度は0.40dl/g、ガラス転移温度は80℃、比重は1.245であった。

【0134】また、NMR分析による上記共重合ポリエステル樹脂(A2)の構成成分の組成比は、

酸成分

テレフタル酸 71mol%

イソフタル酸 29mol%

アルコール成分

エチレングリコール 49mol%

トリシクロデカンジメタノール 51mol%

であった。

【0135】赤外線吸収層用高分子樹脂として、上記共重合ポリエステル樹脂(A2)を用いる以外は、実施例1と同様にして赤外線吸収層用塗布液を調整し、赤外線吸収フィルターを得た。乾燥後の赤外線吸収層の厚さは25μmであった。得られた赤外線吸収フィルターは、目視での色目はダークグレーであった。また、その分光特性は実施例1とほぼ同等の分光特性を有していた。

【0136】しかしながら、得られた赤外線吸収フィル※50

\*吸収がある赤外線吸収フィルターが得られた。

【0132】しかしながら、得られた赤外線吸収フィルターを温度60℃、湿度95%RHの雰囲気中に500時間放置し、再度分光特性を測定したところ図6のようになり、色調が緑色に変化し、近赤外線吸収特性は極めて悪くなった。

【0133】(比較例2) 赤外線吸収色素の分散媒となる共重合ポリエステル樹脂を以下の要領で製作した。温度計、攪拌機を備えたオートクレーブ中に、

※ターを温度60℃、湿度95%RHの雰囲気中に500時間放置し、再度分光特性を測定したところ図7のようになり、色調が緑色に変化し、近赤外線吸収特性は極めて悪くなった。

【0137】(比較例3) 赤外線吸収層用高分子樹脂として、比較例1で使用した共重合ポリエステル樹脂(A2)を用いる以外は、実施例2と同様にして赤外線吸収層用塗布液を調整し、赤外線吸収フィルターを得た。乾燥後の赤外線吸収層の厚さは25μmであった。得られた赤外線吸収フィルターは、目視での色目はダークグレーであった。図8にその分光特性を示す。図8に示すように、波長400nmから650nmまでの可視領域において吸収が平らで、波長700nm以上では急峻に 40  
吸収がある赤外線吸収フィルターが得られた。

【0138】しかしながら、得られた赤外線吸収フィルターを温度60℃、湿度95%RHの雰囲気中に500時間放置し、再度分光特性を測定したところ図9のようになり、色調が黄緑色に変化した。

【0139】(比較例4) 赤外線吸収層用高分子樹脂として、特再平9-838855号公報の実施例1に記載の共重合ポリエステル樹脂(A3；ガラス転移温度140℃、極限粘度0.42、分子量Mw45000)を用いる以外は、実施例1と同様にして赤外線吸収層用塗布液を調整し、赤外線吸収フィルターを得た。乾燥後の赤

外線吸収層の厚さは $25\mu\text{m}$ であった。得られた赤外線吸収フィルターは、目視での色目はダークグレーであった。また、その分光特性は実施例1とほぼ同等の分光特性を有していた。しかしながら、得られた赤外線吸収フィルターを静置したところ湾曲していた。また、得られた赤外線吸収フィルターを温度 $60^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $95\%\text{RH}$ の雰囲気中に $500$ 時間放置したところ、赤外線吸収層が基材のPETフィルムから完全に剥離した。

#### 【0140】

【発明の効果】本発明の赤外線吸収フィルターは、近赤外線域に大きく且つ巾の広い吸収をもち、かつ可視領域の光透過性が高く、更に環境安定性に優れている（高温または高湿下で長時間使用しても分光特性及び色調の変化が少ない）。また、加工性及び生産性が良好であり、静置してもカールすることがないという利点を有する。そのため、ビデオカメラ、ディスプレイなどの光学機器、特にプラズマディスプレイ用の赤外線吸収フィルターとして特に好適である。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1で得た赤外線吸収フィルターの分光特性を示した図である。

【図2】実施例1で得た赤外線吸収フィルターを温度 $60^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $95\%$ の雰囲気中に $500$ 時間放置した後の分光特性を示した図である。

【図3】実施例2で得た赤外線吸収フィルターの分光特性を示した図である。

【図4】実施例2で得た赤外線吸収フィルターを温度 $60^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $95\%$ の雰囲気中に $500$ 時間放置した後の分光特性を示した図である。

【図5】比較例1で得た赤外線吸収フィルターの分光特性を示した図である。

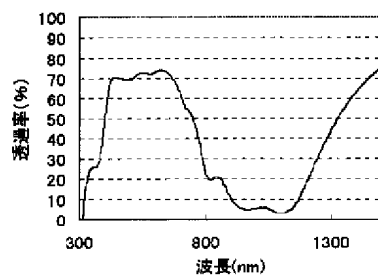
【図6】比較例1で得た赤外線吸収フィルターを温度 $60^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $95\%$ の雰囲気中に $500$ 時間放置した後の分光特性を示した図である。

【図7】比較例2で得た赤外線吸収フィルターを温度 $60^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $95\%$ の雰囲気中に $500$ 時間放置した後の分光特性を示した図である。

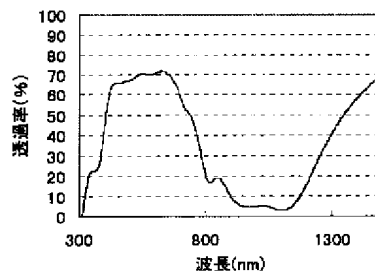
【図8】比較例3で得た赤外線吸収フィルターの分光特性を示した図である。

【図9】比較例3で得た赤外線吸収フィルターを温度 $60^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $95\%$ の雰囲気中に $500$ 時間放置した後の分光特性を示した図である。

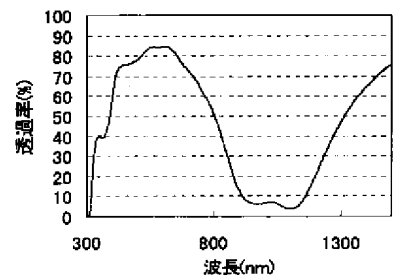
【図1】



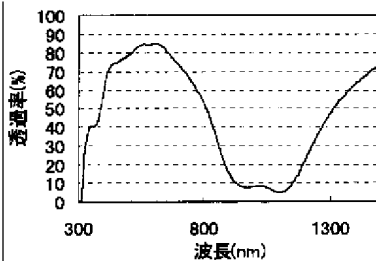
【図2】



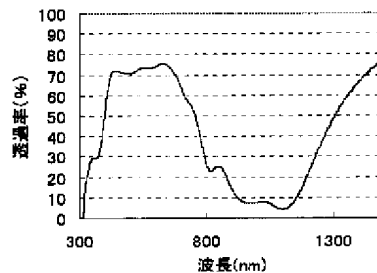
【図3】



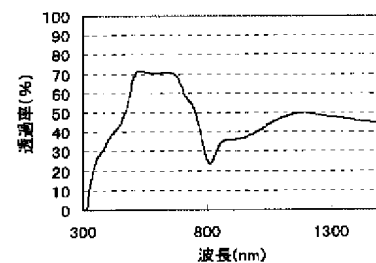
【図4】



【図5】

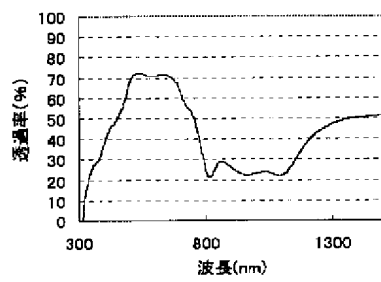


【図6】

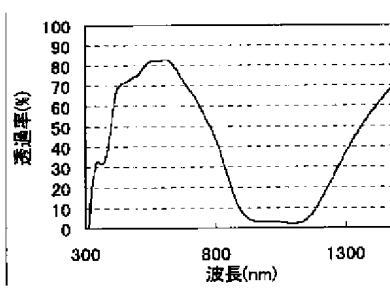




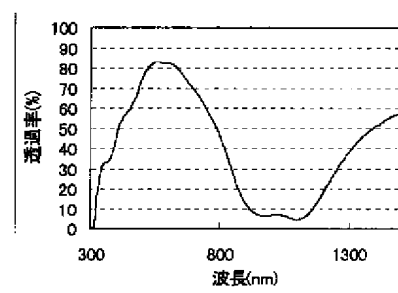
【図7】



【図8】



【図9】



フロントページの続き

Fターム(参考) 2H048 CA04 CA12 CA24  
 4F100 AA20 AH04B AK41 AK41B  
 AK51 AR00C AROOD AT00A  
 BA02 BA03 BA04 BA10A  
 BA10B BA10C BA10D CA30B  
 DE04 EJ37 GB41 GB56 JD10B  
 JN01A JN06C JN30D

**PAT-NO:** JP02001264532A  
**DOCUMENT-IDENTIFIER:** JP 2001264532 A  
**TITLE:** INFRARED RAY ABSORBING  
FILTER  
**PUBN-DATE:** September 26, 2001

**INVENTOR-INFORMATION:**

<b>NAME</b>	<b>COUNTRY</b>
ONOMICHI, SHINYA	N/A
SHIMOMURA, TETSUO	N/A
YOKOYAMA, SEIICHIRO	N/A

**ASSIGNEE-INFORMATION:**

<b>NAME</b>	<b>COUNTRY</b>
TOYOBO CO LTD	N/A

**APPL-NO:** JP2000072273  
**APPL-DATE:** March 15, 2000

**INT-CL (IPC):** G02B005/22 , B32B027/18 ,  
C09K003/00

**ABSTRACT:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an infrared ray absorbing filter having a steep absorption in a near-infrared ray region, a high absorption index and a wide absorption width in the near-infrared ray region and high light transmissivity

in a visible ray region and excellent in environmental stability, workability and productivity.

SOLUTION: The infrared ray absorbing filter formed by laminating an infrared ray absorbing layer having an infrared ray absorbing dye and a polymer resin adopted as main components on a transparent base material is characterized in that at least a diimonium salt compound is contained as the infrared ray absorbing dye and the polymer resin is a polyester resin formed by copolymerization with  $\geq 60$  mol% specified aromatic diol component and has 85–130°C glass transition temperature.

COPYRIGHT: (C) 2001, JPO